

BEST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-017572

(43)Date of publication of application : 18.01.2000

(51)Int.Cl.

D06M 13/21
D06M 14/04
// A41B 17/00

(21)Application number : 10-182451

(71)Applicant : GUNZE LTD

(22)Date of filing : 29.06.1998

(72)Inventor : HIRANO SHOICHI
SADAMITSU TETSUO
SUKETA HIDEO
AKIEDA SHINGO
TABATA SHINOBU

(54) METHOD FOR AFFORDING CELLULOSE-BASED FIBER OR CELLULOSE- BASED TEXTILE PRODUCT WITH YELLOWING-SUPPRESSIVE FUNCTION INVOLVED IN WEARING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To afford a cellulose-based fiber or cellulose-based textile product with excellent anti-yellowing function suitable for underwear by hydrophilicization treatment of the above fiber or textile product.

SOLUTION: A cellulose-based fiber or cellulose-based textile product is afforded with yellowing-suppressive function involved in wearing by hydrophilicizing the above fiber or textile product, that is, by introducing into the fiber or textile product one or more kinds of hydrophilic group selected from COOH, NH₂ and SO₃ groups to afford the fiber or textile product with a moisture absorption of 71-20 wt.%, for example, by carboxymethylating at 0.1-10 mol.% the fiber or textile product to introduce COOH group thereinto, or by polymerizing a monomer such as methacrylic acid or methacrylamide in such a state that the monomer is in contact with the fiber or textile product to effect grafting the hydrophilic molecules at a graft rate of 1-30% thereto.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.11.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3385399

[Date of registration] 10.01.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] wear characterized by carrying out hydrophilization processing of a cellulosic fiber or the cellulosic fiber product -- yellowing -- the grant approach of a control function.

[Claim 2] The approach according to claim 1 of carrying out hydrophilization processing of a cellulosic fiber or the cellulosic fiber product, and making moisture absorption 7.1 - 20%.

[Claim 3] The approach according to claim 1 or 2 of introducing a hydrophilic group into a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product, and carrying out hydrophilization processing.

[Claim 4] The approach according to claim 3 of being one sort chosen from the group which a hydrophilic group becomes from the radical which has one sort chosen as a COOH radical, two NH(s), and three SO list from these, or two sorts or more, or two sorts or more.

[Claim 5] The approach according to claim 4 of introducing a COOH radical by carboxymethylizing a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product.

[Claim 6] The approach according to claim 5 whenever [carboxymethyl-ized] is 0.1-10-mol %.

[Claim 7] The approach according to claim 5 or 6 characterized by heat-treating where the processing liquid which contains the alkali-metal salt of monochloroacetic acid or monochloroacetic acid for a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is contacted.

[Claim 8] The approach according to claim 1 or 2 of making carry out the graft of the hydrophilic molecule to a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product, and carrying out hydrophilization processing.

[Claim 9] The approach according to claim 8 to which the graft of the hydrophilic molecule is carried out by carrying out the polymerization reaction of the monomer which carries out a polymerization and forms a hydrophilic molecule in the condition of having made the cellulosic fiber or the cellulosic fiber product contacting.

[Claim 10] The approach according to claim 9 the monomer which carries out a polymerization and forms a hydrophilic molecule is a methacrylic acid or methacrylamide.

[Claim 11] The approach according to claim 1 to 10 a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is the cellulosic fiber for underwears, a cellulosic fiber product, or an underwear made from a cellulosic fiber.

[Claim 12] The cellulosic fiber or cellulosic fiber product whose moisture absorption it has a hydrophilic group and is 7.1 - 20%.

[Claim 13]

BEST AVAILABLE COPY

* NOTICES *

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] this invention — wear of a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product (especially a cellulosic fiber for underwears, a cellulosic fiber product, or the underwear made from a cellulosic fiber) — yellowing — it is related with the grant approach of a control function. [0002] This invention — a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product (especially the cellulosic fiber for underwears, a cellulosic fiber product, or the underwear made from a cellulosic fiber) — being related — detailed — wear — yellowing — it is related with the cellulosic fiber or cellulosic fiber product (especially the cellulosic fiber for underwears, a cellulosic fiber product, or the underwear made from a cellulosic fiber) which has a control function.

[0003]

[Description of the Prior Art] Generally, the cellulose product of a white system (especially white degree is 100 or more and further 120 or more), for example, the garments made from cotton, and underwears, such as underwear and T-shirts, will be gradually yellowed, if wear and wash are repeated. Since the dirt component adhered and colored in the condition that wash cannot remove, either is gradually accumulated while it is thought that the cause of this yellowing is for dirt components', such as sweat's which mainly adhered, oxidizing and coloring and wear and wash are repeated, it is considered to have become with the big cause that yellowish color increases.

[0004] therefore, sweat (dirt) is taken for an underwear (it absorbs temporarily) — ** — it asks as added value with big not growing yellow even if it repeats original wear and the wash other than a function for which the underwear to say is asked, i.e., a thing [durable white **** (****-proof)], (wear — yellowing — have a prevention function).

[0005] Conventionally, as an approach of preventing yellowing of an underwear, the approach for preventing the dirt adhesion in a cellulosic fiber from the view of "Making it hard to attach dirt" is examined variously. For example, there is SR (soil release) processing which processes a cellulosic fiber by the processing agent of a fluorine system thru/or a silicon system.

[0006] However, if SR processing is carried out to a cellulosic fiber, since it will become water repellence, a demerit is brought about to the function to take the sweat (dirt) of the skin which is one in the important role of an underwear. Moreover, the fault of not being good also has endurance in SR processing.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] the object of this invention — a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product — wear — yellowing — it is in offering the new approach for giving a prevention function, the object of this invention — wear — yellowing — it is in offering a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product excellent in the prevention function.

[0008]

[Means for Solving the Problem] this invention person in the view of "Making it hard to attach dirt" An example is taken by bringing about a demerit to the function to take the sweat dirt of the skin which is one of the important roles of an underwear. Paying attention to being oily matter, changing the way of thinking into the view of "Making it easy to fall, even if it becomes

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje

2008/03/22

JP.2000-017572.A [DETAILED DESCRIPTION]

3/8 ページ

introduced into a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product still more preferably at homogeneity. A hydrophilic group can be introduced with the gestalt permuted by the hydrogen of the hydroxyl group of the cellulose which constitutes a cellulosic fiber.

[0024] Hydrophilization processing can be carried out by introducing the radical which has polar groups or these radicals, such as a COOH radical, two NH(s), and three SO(s), as a hydrophilic group, the radical which has a COOH radical for a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product with the gestalt of desirable operation — concrete — a carboxymethyl radical — installation (carboxymethyl-izing; CM-izing) — carrying out — desirable — whenever [carboxymethyl-ized] — (whenever [CM-ized]) more than 0.1 mol % — more — desirable — more than 1 mol % — carrying out — less than [10 mol %] — it may be less than [5 mol %] more preferably.

[0025] Whenever [CM-ized] shows the rate (%) of the number of the COO radicals after [the OH radical of the cellulose which CM-ization-reacted / which receives the number of the OH radicals of (% i.e., an unsettled cellulose) comparatively] CM-izing.

[0026] After making all COO radicals, such as a cellulosic fiber, into a COOH radical and being immersed in a sodium-hydroxide water solution (0.1Ns), it can ask for the number of COO radicals by carrying out the quantum of Na used for the permutatation. The quantum of the amount of Na used for the permutatation can be carried out by titrating the sodium-hydroxide water solution immersed in the cellulosic fiber etc. using a hydrochloric acid (0.1Ns). Specifically, the following measuring methods are employable.

[0027] (1) Cellulose fiber etc. is immersed in a 0.3-N hydrochloric acid for 1 hour on a bath ratio 1:50 and the conditions of 20 degrees C of solution temperature (for example, the ground wafer), all COO radicals are made into a COOH radical, and it dehydrates, and it dries, removes Residual HCl, sample about 4g, and carry out weighing capacity of the oven dry weight (W (g)).

[0028] (2) it being immersed in 50ml (B (ml)) of 0.1-N sodium-hydroxide water solutions weighed precisely, and leaving one evening of cellulose fiber which carried out weighing capacity of the oven dry weight etc. at 20 degrees C of solution temperature — a total — permute a COOH radical by COONa.

[0029] (3) In order to carry out the quantum of Na used for the permutatation, titrate liquid using 0.1-N hydrochloric acid, and set titer to X (ml). A phenolphthalein can be used as an indicator.

[0030] Whenever [CM-ized] is computable according to the following formulas from oven dry weight (W (g)), such as a cellulosic fiber, the volume (B (ml)) of a sodium-hydroxide water solution, and the volume (X (ml)) of the hydrochloric acid which titration took.

[0031] It is $= 162.14 \times (B - X) / [10000W - 59.04 \times (B - X)] / 3 \times 100$ [0032] whenever [CM-ized] [mol %]. It can CM-ize by heat-treating, where the processing liquid which contains the alkali-metal salt (for example, sodium salt, potassium salt) of monochloroacetic acid or monochloroacetic acid for a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is contacted.

[0033] Heat treatment temperature can be made into 60 degrees C or more, and can usually be preferably made into 130 degrees C or less 150 degrees C or less 40 degrees C, for example. For example, it can heat-treat with steam heating of the pad steam method etc. Moreover, it may not heat-treat but you may leave it at a room temperature with a cold pad batch method etc.

[0034] although the concentration of the alkali-metal salt of the monochloroacetic acid in processing liquid or monochloroacetic acid should just set the conditions of processing liquid that the target workability is obtained suitably — for example — it can consider as 100 or more g/l more preferably, for example, 50 or more g/l can be preferably made into 200 or less g/l 300 or less g/l 500 or less g/l 10 or more g/l.

[0035] A sodium hydroxide etc. can be used for the processing liquid in which a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is contacted at the hydroxide of alkali metal, and a concrete target. For example, to use a sodium hydroxide, reactivity tends to go up and usually needs to make NaOH concentration 20 or more g/l so that NaOH concentration is raised, but if NaOH concentration goes up, it will go in the direction which aesthetic property hardens.

[0036] There are a liquid flow method which a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is made to rotate in processing liquid as an approach of contacting processing liquid for example, and the approach of carrying out padding (drawing), after making it immersed. In respect of a utilization ratio, it is effective to lower a bath ratio (operating rate of processing liquid), and the

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje

2008/03/22

dirty", and becoming the main factor of sweat dirt by making fiber into a hydrophilic property it becomes easy to detach [but] sweat dirt, or resulted in the conclusion of becoming easy to fall by wash, and although the cellulosic fiber was a hydrophilic property from the first, a header and this invention were completed for it being effective to give this a hydrophilic property further. [0009] wear characterized by this invention carrying out hydrophilization processing of a cellulosic fiber or the cellulosic fiber product — yellowing — it is in the grant approach of a control function.

[0010] This invention has a hydrophilic group and is in the cellulosic fiber or cellulosic fiber product whose moisture absorption is 7.1 — 20%.

[0011] This invention has a carboxymethyl radical and is in the cellulosic fiber or cellulosic fiber product whose moisture absorption is 7.1 — 20%.

[0012] This invention has a carboxymethyl radical and the rate of installation of a carboxymethyl radical is in 0.1-10-mol the cellulosic fiber which is % or, and a cellulosic fiber product.

[0013] This invention is in one of said cellulosic fibers or cellulosic fiber products which it comes to heat-treat where the processing liquid which contains the alkali-metal salt of monochloroacetic acid or monochloroacetic acid for a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is contacted.

[0014] This invention has white degree in one of said cellulosic fibers or cellulosic fiber products which are 100 (120 or more [Especially]) or more.

[0015] The product which used the single fiber and the single fiber for the cellulosic fiber or the cellulosic fiber product ("a cellulosic fiber is said" below) is included, and the product built with cheesecloths, such as the product built with yarn, such as yarn, for example, cotton yarn, and cotton mix spinning, for example, a cheesecloth, and a cotton silver (bundle), etc., for example, an underwear etc., is included by the product which used the single fiber.

[0016]

[Embodiment of the Invention] wear — yellowing — carrying out hydrophilization processing of the grant approach cellulosic fiber or cellulosic fiber product (especially the cellulosic fiber for underwears, the cellulosic fiber product for underwears, or the underwear made from a cellulosic fiber) of a control function — wear — yellowing — a control function can be given. With the gestalt of desirable operation, hydrophilization processing of the cellulosic fiber etc. is carried out, and 7.1% or more, moisture absorption is preferably made into 7.5% or more, and is preferably made into 15% or less 20% or less.

[0017] the thing of moisture absorption, such as a cellulosic fiber which carries out hydrophilization processing of the cellulosic fiber etc., for example, uses moisture absorption as a raw material, preferably considered as 120% or more (usually 250% or less, 200 more% or less, especially 150% or less) 110% or more — wear — yellowing — a control function can be given.

[0018] Moisture absorption is the so-called official moisture regain, is a rate of official weight increase to oven dry weight, and is computed by the following formulas.

[0019]

Moisture absorption (%) = $\frac{[\text{official weight}] - [\text{oven dry weight}]}{[\text{oven dry weight}]} \times 100$ [0020] Oven dry weight can be measured and computed by deducting the weight of the weighing capacity bottle which carried out weighing capacity after putting the cellulosic fiber etc. into the weighing capacity bottle and making it dry at 105 degrees C for 2 hours, and carried out weighing capacity beforehand.

[0021] Official weight can be measured and computed by carrying out weighing capacity, after leaving the cellulose fiber which put for example, into the weighing capacity bottle, and measured oven dry weight for 24 hours in the ambient atmosphere of the temperature of 20 degrees C, and 65% of humidity RH, and deducting the weight of a weighing capacity bottle.

[0022] measurement of oven dry weight and official weight — for example, the ground of about [10cmx20cm] magnitude — a wafer can be used. Weighing capacity is repeatedly measured until weight becomes fixed.

[0023] Hydrophilization processing can be carried out by introducing a hydrophilic group into the introductory cellulosic fiber or cellulosic fiber product of a hydrophilic group. With the gestalt of desirable operation, the whole cellulosic fiber is covered preferably and a hydrophilic group is

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje

2008/03/22

JP.2000-017572.A [DETAILED DESCRIPTION]

4/8 ページ

approach of padding, after making it immersed at this point is effective.

[0037] Ordinary temperature is sufficient as the temperature conditions at the time of making a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product immersed in processing liquid, for example, they can be made into within the limits of 5 degrees C — 50 degrees C.

[0038] Hydrophilization processing can be carried out by carrying out the graft of the hydrophilic molecule to the graft-ized cellulosic fiber or cellulosic fiber product of a hydrophilic molecule. As a hydrophilic molecule, hydrophilization processing can be carried out by carrying out the graft of the vinyl system copolymer of methacrylamide.

[0039] For example, the polymer (hydrophilic molecule) of a monomer can use the monomers (for example, a methacrylic acid, methacrylamide, etc.) which carry out a polymerization and form a hydrophilic molecule as the cellulosic fiber or cellulosic fiber product which carried out the graft by carrying out a polymerization reaction in the condition of having made the cellulosic fiber or the cellulosic fiber product contacting.

[0040] After being immersed and extracting a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product into the liquid containing the monomers (for example, a methacrylic acid, methacrylamide, etc.) and polymerization initiators (for example, pex-oxo-disulfuric acid ammonium etc.) which carry out a polymerization and specifically form a hydrophilic molecule, a hydrophilic molecule can consider as the cellulosic fiber or cellulosic fiber product which carried out the graft by heating.

[0041] About the amount of the hydrophilic molecule which carries out a graft, in consideration of the property (moisture absorption) required of the class of hydrophilic molecule, a cellulosic fiber, etc., it can choose suitably, for example, the rate of a graft becomes 2% or more preferably 1% or more, and it can usually consider as the amount which becomes 20% or less especially 25 more% or less 30% or less.

[0042] The rate of a graft is computable according to the following formulas from the oven dry weight (after [processing] oven dry weight) after carrying out a graft to oven dry weight (front [processing] oven dry weight), such as a cellulosic fiber before carrying out a graft. Oven dry weight can put a cellulosic fiber etc. into a weighing capacity bottle (for example, 10cmx the ground with a magnitude of about 20cm wafer), and can compute the weight of the weighing capacity bottle which carried out weighing capacity and which carried out weighing capacity beforehand after 2-hour desiccation at 105 degrees C by total ****.

[0043] Rate (%) of a graft = $\frac{[\text{after [processing] oven-dry-weight}] - [\text{front [processing] oven dry weight}]}{[\text{after [processing] oven-dry-weight}]} \times 100$ [0044] The cellulosic fiber or cellulosic fiber product of a cellulosic fiber or cellulosic fiber product this invention For example, (the cellulosic fiber for underwears, the cellulosic fiber product for underwears, or the underwear made from a cellulosic fiber) it has a hydrophilic group (for example, one sort or two sorts or more which are chosen from the group which consists of a radical which has one sort chosen as a COOH radical, two NH(s), and three SO into from these, or two sorts or more). 7.1% or more, moisture absorption is 7.5% or more preferably, and is 15% or less preferably 20% or less.

[0045] With the gestalt of desirable operation, it has a carboxymethyl radical, and 7.1% or more, moisture absorption is 7.5% or more preferably, and is 15% or less preferably 20% or less, the gestalt of other operations — a carboxymethyl radical — having — whenever [CM-ized] — more than 0.1 mol % — desirable — more than 1 mol % — it is — less than [10 mol %] — it is less than [5 mol %] preferably.

[0046] The cellulosic fiber or cellulosic fiber product which has a carboxymethyl radical can be manufactured by heat-treating, where the processing liquid which contains the alkali-metal salt of monochloroacetic acid or monochloroacetic acid for a cellulosic fiber or a cellulosic fiber product is contacted.

[0047] With the gestalt of other desirable operations, a hydrophilic molecule carries out a graft, and 7.1% or more, moisture absorption is 7.5% or more preferably, and is 15% or less preferably 20% or less. Furthermore, with the gestalt of other operations, a hydrophilic molecule carries out a graft, and the rate of a graft is 2% or more preferably, and is 20% or less still more preferably 25% or less preferably 30% or less 1% or more.

[0048] As a hydrophilic molecule, there is a methacrylic acid, a polymer of methacrylamide, a copolymer, a methacrylic acid, or a copolymer of at least one sort of methacrylamide and other

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje

2008/03/22

monomers.

[0049] Especially this invention has [100 or more] especially effective white degree in 120 or more (150 or less and further 140 or less [Usually]) cellulosic fibers or a cellulosic fiber product, the formula of the following [degree / white / value / of a CIELAB color coordinate system / L* value and b* value] -- it is the value computed, L* value and b* value can be calculated by carrying out a colorimetry for example, with a colorimetry vessel (Macbeth WHITE-EYE3000).

[0050] White degree = L* value - 3xb* value [0051]

[Example] [hydrophilization processing and yellowing -- verification-test [of control]]

An example 1 -- formation of 3[CM: It rinsed and the unreacted object was removed, after having used the usual cheesecloth (dimension ground 1) as the ground liquid flow method] and the example of a comparison of 1 yuan, having been immersed into the water solution [processing liquid] of monochloroacetic acid sodium (175 g/l) and a sodium hydroxide (175 - 60 g/l) (bath ratio 1:20), heating at 60 degrees C and performing processing for 1 hour.

[0052] Solar drying was performed after having extracted at 130% of contraction percentages, having made it dry in 105 degrees C and 30 minutes, after making 3.6% [of liquid paraffins], and cholesterol 2.3%, and gelatin 10.0% immersed into 30 g/l liquid of the artificial sweat used as a principal component cholesterol orate 17.5% 40.6% [of oleic acid], and triolein 22.4%, and carrying out the usual home wash about each obtained hydrophilization processing cheesecloth.

[0053] The immersion to the above artificial sweat, drawing, desiccation, wash, and actuation of solar drying were repeated, it carried out 5 times, and change of the white degree of each hydrophilization processing cheesecloth was investigated (yellowing verification test : artificial wear test of control).

[0054] Moisture absorption and white degree (result of an artificial wear test) are shown in a table 1 whenever [(Carboxymethyl)CM-ized / of the hydrophilization processing cheesecloth obtained by the concentration list of the sodium hydroxide (NaOH) of processing liquid], as the example 1 of a comparison -- a dimension -- the result about the ground 1 (unsettled) is shown.

[0055] An example 4 -- formation of 6[CM : The usual cheesecloth (dimension ground 2) is used as the ground pad steam method (PS method)] and the example of a comparison of 2 yuan. It rinsed and the unreacted object was removed, after heat-treating for 10 minutes and making it react with steam (100 degrees C) after being immersed into the water solution [processing liquid] of monochloroacetic acid sodium (175 g/l) and a sodium hydroxide (175 - 60 g/l) (ordinary temperature) and extracting with a padder.

[0056] Moisture absorption and white degree (result of an artificial wear test) are shown in a table 1 whenever [CM-ized / of the hydrophilization processing cheesecloth obtained by the concentration list of the sodium hydroxide (NaOH) of processing liquid], as the example 2 of a comparison -- a dimension -- the result about the ground 2 (unsettled) is shown.

[0057] example 7[CM-ized: -- a pad batch method (PB law)] dimension -- it rinsed and the unreacted object was removed, after leaving it for 24 hours and making it react in the ordinary temperature (20 degrees C) after using the usual cheesecloth (dimension ground 2) as the ground, being immersed into the water solution [processing liquid] of monochloroacetic acid sodium (175 g/l) and a sodium hydroxide (75 g/l) (ordinary temperature) and extracting with a padder. Moisture absorption and white degree (result of an artificial wear test) are shown in a table 1 whenever [CM-ized / of the obtained hydrophilization processing cheesecloth].

[0058]

[A table 1]

CM-izing NaOH concentration Whenever [CM-ized] Moisture absorption: % The degree of white (the degree of lowering white) Approach g/l Mol% (pair unsettled ratio) Before a trial After 5 times Example 1 of a comparison Origin Ground 1 (unsettled) 7.0 (100) 135.4 113.8 (21.6) examples 1 Liquid flow method 175 5.7 14.9 (214) 135.3 133.5 (1.8) examples 2 Liquid flow method 100 4.2 11.4 (162) 136.0 132.2 (3.8) Example 3 Liquid flow method 60 2.9 7.7 (110) 132.4 Example 2 of 122.0 (10.4) comparisons Origin Ground 2 (unsettled) 7.0 (100) 134.7 112.4 (22.3) examples 4 The PS method 175 4.4 13.9

(199) 131.5 131.0 (0.5) Example 5 The PS method 100 3.5 10.6 (151) 132.0 127.8 (4.2) Example 6 The PS method 60 2.4 7.8 (111) 132.4 120.5 (11.9) examples 7 The PB method 75 2.7 9.4 (130) 134.9 124.2 (10.7) [0059] Thus, compared with the unsettled Motoo ground, it turns out that white degree lowering of the hydrophilization processing cheesecloth of this invention is few so that clearly from examples 1-7 and the examples 1 and 2 of a comparison. Furthermore, the effectiveness is so large that workability is high.

[0060] Example 8[graft processing : White degree uses 100% milling cutter knitting fabric of cotton after refining bleaching of 134.1 (dimension ground 3) as the ground methacrylic-acid] and the example of a comparison of 3 yuan. After making it immersed for 1 minute in ordinary temperature (20 degrees C) into the water solution (processing liquid) of a methacrylic-acid monomer (150 g/l) and pel oxo-disulfuric acid ammonium [an initiator] (7.5 g/l) and extracting at p.u.120%, at 100 degrees C, steaming was carried out for 10 minutes, it rinsed, and the unreacted object was removed. The rate of a graft, moisture absorption, and white degree (result of an artificial wear test) of the obtained hydrophilization processing cheesecloth are shown in a table 2. as the example 3 of a comparison -- a dimension -- the result about the ground 3 (unsettled) is shown.

[0061] Example 9[graft processing: As methacrylamide] processing liquid, the water solution of a methacrylamide monomer (150 g/l) and pel oxo-disulfuric acid ammonium [an initiator] (7.5 g/l) was used, and also it was made to be the same as that of an example 8. A result is shown in a table 2.

[0062] Example 10[graft processing: As methacrylamide] processing liquid, the water solution of a methacrylamide monomer (200 g/l) and pel oxo-disulfuric acid ammonium [an initiator] (10 g/l) was used, and also it was made to be the same as that of an example 8. A result is shown in a table 2.

[0063]

[A table 2]

Monomer (concentration: g/l) Graph Moisture absorption: % The degree of white (change)

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY**METHOD FOR AFFORDING CELLULOSE-BASED FIBER OR CELLULOSE- BASED TEXTILE PRODUCT WITH YELLOWING-SUPPRESSIVE FUNCTION INVOLVED I WEARING**

Patent number: JP2000017572
Publication date: 2000-01-18
Inventor: HIRANO SHOICHI; SADAMITSU TETSUO; SUKETA HIDEO; AKIEDA SHINGO; TABATA SHINOBU
Applicant: GUNZE KK
Classification:
- international: **A41B17/00; D06M13/21; D06M14/04; A41B17/00; D06M13/00; D06M14/00; (IPC1-7): A41B17/00; D06M13/21; D06M14/04**
- european:
Application number: JP19980182451 19980629
Priority number(s): JP19980182451 19980629

Report a data error here

Abstract of JP2000017572

PROBLEM TO BE SOLVED: To afford a cellulose-based fiber or cellulose-based textile product with excellent anti-yellowing function suitable for underwear by hydrophilicization treatment of the above fiber or textile product. **SOLUTION:** A cellulose-based fiber or cellulose-based textile product is afforded with yellowing-suppressive function involved in wearing by hydrophilicizing the above fiber or textile product, that is, by introducing into the fiber or textile product one or more kinds of hydrophilic group selected from COOH, NH₂ and SO₃ groups to afford the fiber or textile product with a moisture absorption of 71-20 wt.%, for example, by carboxymethylating at 0.1-10 mol.% the fiber or textile product to introduce COOH group thereinto, or by polymerizing a monomer such as methacrylic acid or methacrylamide in such a state that the monomer is in contact with the fiber or textile product to effect grafting the hydrophilic molecules at a graft rate of 1-30% thereto.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-17572
(P2000-17572A)

(43) 公開日 平成12年1月18日 (2000.1.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
D 0 6 M 13/21		D 0 6 M 13/21	3 B 0 2 9
14/04		14/04	4 L 0 3 3
// A 4 1 B 17/00		A 4 1 B 17/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数21 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-182451
(22) 出願日 平成10年6月29日 (1998.6.29)

(71) 出願人 000001339
グンゼ株式会社
京都府綾部市青野町膳所1番地
(72) 発明者 平野 昌一
京都府綾部市井倉新町石風呂1番地 グン
ゼ株式会社研究開発部内
(72) 発明者 定光 哲男
京都府綾部市井倉新町石風呂1番地 グン
ゼ株式会社研究開発部内
(74) 代理人 100065215
弁理士 三枝 英二 (外10名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品の着用黄変抑制機能の付与方法

(57) 【要約】

【課題】 着用黄変防止機能に優れたセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品（特に肌着用）を提供する。

【解決手段】 親水化处理（具体的には、親水基の導入（カルボキシメチル化处理等）、親水性分子によるグラフト加工）して、吸湿率を7.1～20%とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を親水化処理することを特徴とする着用黄変抑制機能の付与方法。

【請求項2】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を親水化処理して吸湿率が7.1~20%とする請求項1に記載の方法。

【請求項3】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に親水基を導入して親水化処理する請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】 親水基が、COOH基、NH₂基及びSO₃基並びにこれらから選択される1種又は2種以上を有する基からなる群から選択される1種又は2種以上である請求項3に記載の方法。

【請求項5】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品をカルボキシメチル化することによりCOOH基を導入する請求項4に記載の方法。

【請求項6】 カルボキシメチル化度が0.1~10モル%である請求項5に記載の方法。

【請求項7】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩を含有する処理液を接触させた状態で熱処理することを特徴とする請求項5又は6に記載の方法。

【請求項8】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に親水性分子をグラフトさせて親水化処理する請求項1又は2に記載の方法。

【請求項9】 重合して親水性分子を形成する単量体をセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品と接触させた状態で重合反応させることにより親水性分子をグラフトさせる請求項8に記載の方法。

【請求項10】 重合して親水性分子を形成する単量体が、メタクリル酸又はメタクリルアミドである請求項9に記載の方法。

【請求項11】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品が肌着用セルロース系繊維若しくはセルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着である請求項1~10のいずれかに記載の方法。

【請求項12】 親水基を有し、吸湿率が7.1~20%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項13】 親水基が、COOH基、NH₂基及びSO₃基並びにこれらから選択される1種又は2種以上を有する基からなる群から選択される1種又は2種以上である請求項12に記載のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項14】 カルボキシメチル基を有し、吸湿率が7.1~20%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項15】 カルボキシメチル基を有し、カルボキシメチル化度が0.1~10モル%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項16】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩を含有する処理液を接触させた状態で熱処理してなる請求項14又は15に記載のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項17】 親水性分子がグラフトし、吸湿率が7.1~20%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項18】 親水性分子がグラフトし、グラフト率が1~30%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項19】 親水性分子が、メタクリル酸若しくはメタクリルアミドの重合体若しくは共重合体又はメタクリル酸若しくはメタクリルアミドの少なくとも1種と他の単量体との共重合体である請求項17又は18に記載のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項20】 セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品が肌着用セルロース系繊維若しくはセルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着である請求項12~19のいずれかに記載のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【請求項21】 白度が100以上である請求項12~20のいずれかに記載のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品（特に肌着用セルロース系繊維若しくはセルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着）の着用黄変抑制機能の付与方法に関する。

【0002】本発明は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品（特に肌着用セルロース系繊維若しくはセルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着）に関し、詳しくは着用黄変抑制機能を有するセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品（特に肌着用セルロース系繊維若しくはセルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着）に関する。

【0003】

【従来の技術】一般に、白色系（特に白度が100以上、更には120以上）のセルロース製品、例えば木綿製衣料、特に肌着（下着、Tシャツ類等）は、着用と洗濯を繰り返すと、次第に黄変してしまう。この黄変の原因は、主に付着した汗等の汚れ成分が酸化されて着色するためであると考えられ、着用と洗濯を繰り返すうちに、洗濯によっても除去しきれない状態で付着し着色した汚れ成分が次第に蓄積されるため、黄ばみが増していくことが大きな原因となっていると考えられる。

【0004】そのため、肌着には、汗（汚れ）をとる（一時的に吸収する）という肌着に求められる本来の機能の他に、着用と洗濯を繰り返しても黄ばまないこと

(着用黄変防止機能を有すること)、即ち、耐久白度性(耐白性)が高いことが大きな付加価値として求められている。

【0005】従来、肌着の黄変を防止する方法としては「汚れを付きにくくする」という考え方から、セルロース系繊維への汚れ付着を阻止するための方法が種々検討されている。例えば、セルロース系繊維をフッ素系乃至シリコン系の処理剤で処理するSR(ソイルリリース)加工がある。

【0006】しかし、セルロース系繊維にSR加工をすると、撥水性になるため、肌着の重要な役割の一つである肌の汗(汚れ)を取るという機能に対しデメリットをもたらす。また、SR加工には耐久性がよくないという欠点もある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に着用黄変防止機能を付与するための新規な方法を提供することにある。本発明の目的は、着用黄変防止機能に優れたセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は「汚れを付きにくくする」という考え方では、肌着の重要な役割の一つである肌の汗汚れを取るという機能に対しデメリットをもたらすことに鑑み、「汚れても落ちやすくする」という考え方に発想を変えて、汗汚れの主因となるのは油性物質であることに着目し、繊維を親水性にすることにより、汗汚れを離しやすくなるのではないかと、即ち、洗濯により落ちやすくなるはずであるとの結論に至り、セルロース系繊維は元々親水性であるが、これにさらに親水性を付与することが有効であることを見出し、本発明を完成した。

【0009】本発明は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を親水化処理することを特徴とする着用黄変抑制機能の付与方法にある。

【0010】本発明は、親水基を有し、吸湿率が7.1~20%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にある。

【0011】本発明は、カルボキシメチル基を有し、吸湿率が7.1~20%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にある。

【0012】本発明は、カルボキシメチル基を有し、カルボキシメチル基の導入率が0.1~10モル%であるセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にある。

【0013】本発明は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩を含有する処理液を接触させた状態で熱処理してなる前記いずれかのセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にある。

【0014】本発明は、白度が、100以上(特に120以上)である前記いずれかのセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にある。

【0015】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品(以下「セルロース系繊維等」ともいう)には、単繊維及び単繊維を使用した製品が包含され、単繊維を使用した製品には、糸、例えば、綿糸、綿混紡糸等、糸からつくられる製品、例えば、綿布、綿スライバー(束)等、綿布等からつくられる製品、例えば、肌着等が包含される。

【0016】

【発明の実施の形態】着用黄変抑制機能の付与方法

セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品(特に肌着用セルロース系繊維若しくは肌着用セルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着)を親水化処理することにより、着用黄変抑制機能を付与することができる。好ましい実施の形態では、セルロース系繊維等を親水化処理して吸湿率を7.1%以上、好ましくは7.5%以上とし、20%以下、好ましくは15%以下とする。

【0017】セルロース系繊維等を親水化処理して、例えば、吸湿率を、原料として使用するセルロース系繊維等の吸湿率の110%以上、好ましくは120%以上(通常は250%以下、更には200%以下、特に150%以下)とすることにより、着用黄変抑制機能を付与することができる。

【0018】吸湿率は、いわゆる公定水分率であり、絶乾重量に対する公定重量の増加率であり、以下の計算式によって算出される。

【0019】

30 吸湿率(%)=(〔公定重量〕÷〔絶乾重量〕-1)×100

【0020】絶乾重量は、例えば、セルロース系繊維等を秤量ビンに入れて105℃で2時間乾燥させた後に秤量し、あらかじめ秤量しておいた秤量ビンの重量を差し引くことにより、測定・算出することができる。

【0021】公定重量は、例えば、秤量ビンに入れて絶乾重量を測定したセルロース系繊維等を温度20℃、湿度65%RHの雰囲気中24時間放置した後に秤量し、秤量ビンの重量を差し引くことにより、測定・算出することができる。

40 【0022】絶乾重量及び公定重量の測定には、例えば、10cm×20cm程度の大きさの生地小片を使用することができる。秤量は、重量が一定になるまで繰り返し測定する。

【0023】親水基の導入

セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に親水基を導入することにより、親水化処理することができる。好ましい実施の形態では、親水基を、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に、好ましくはセルロース系繊維の全体に亘って、更に好ましくは均一に導入する。親水基は、例えば、セルロース系繊維を構成するセルロース

スの水酸基の水素と置換した形態で導入することができる。

【0024】親水基として、例えば、COOH基、NH₂基、SO₃基等の極性基又はこれらの基を有する基を導入することにより、親水化処理することができる。好ましい実施の形態では、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に、COOH基を有する基、具体的にカルボキシメチル基を導入（カルボキシメチル化：CM化）し、好ましくはカルボキシメチル化度（CM化度）を0.1モル%以上、より好ましくは1モル%以上とし、10モル%以下、より好ましくは5モル%以下とする。

【0025】CM化度は、CM化反応したセルロースのOH基の割合（%）、即ち、未処理のセルロースのOH基の数に対するCM化した後のCOO基の数の割合（%）を示す。

【0026】COO基の数は、セルロース系繊維等の全COO基をCOOH基とし、水酸化ナトリウム水溶液（0.1N）に浸漬した後、その置換に使用されたNaを定量することにより、求めることができる。置換に使用されたNa量は、セルロース系繊維等を浸漬した水酸化ナトリウム水溶液を、例えば、塩酸（0.1N）を使用して滴定することにより、定量することができる。具体的には、以下の測定方法を採用することができる。

【0027】（1）セルロース繊維等（例えば、生地小片）を、0.3Nの塩酸に、浴比1：50、液温20℃の条件で1時間浸漬して全COO基をCOOH基とし、脱水し、乾燥して残留HClを除去し、約4gをサンプリングして絶乾重量（W（g））を秤量する。

【0028】（2）絶乾重量を秤量したセルロース繊維等を、精秤した0.1Nの水酸化ナトリウム水溶液50ml（B（ml））に浸漬して液温20℃で1晩放置することにより、全COOH基をCOONaに置換する。

【0029】（3）置換に使用されたNaを定量するため、0.1N塩酸を使用して液を滴定し、滴定値をX（ml）とする。指示薬としてはフェノールフタレインを使用することができる。

【0030】CM化度は、セルロース系繊維等の絶乾重量（W（g））、水酸化ナトリウム水溶液の体積（B（ml））、滴定に要した塩酸の体積（X（ml））から、以下の計算式に従って算出することができる。

【0031】CM化度（モル%）= $162.14 \times (B - X) \div [10000W - 59.04 \times (B - X)] \div 3 \times 100$

【0032】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩（例えば、ナトリウム塩、カリウム塩）を含有する処理液を接触させた状態で熱処理することにより、CM化することができる。

【0033】熱処理温度は、例えば、40℃、好ましくは60℃以上とし、通常は150℃以下、好ましくは130℃以下とすることができる。例えば、バッドスチーム法等の水

蒸気加熱により熱処理することができる。また、熱処理せず、コールドバッドバッチ法等により室温で放置してもよい。

【0034】処理液中のモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩の濃度は、目的の加工度が得られるよう処理液の条件を適宜定めればよいが、例えば10g/l以上、好ましくは50g/l以上、より好ましくは100g/l以上とし、例えば500g/l以下、好ましくは300g/l以下、より好ましくは200g/l以下とすることができる。

【0035】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を接触させる処理液には、例えば、アルカリ金属の水酸化物、具体的には水酸化ナトリウム等を使用することができる。例えば、水酸化ナトリウムを使用する場合には、NaOH濃度を上げる程、反応度は上がる傾向があり、通常はNaOH濃度を20g/l以上とする必要があるが、NaOH濃度が上がると、風合いが硬化する方向にいく。

【0036】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に処理液を接触させる方法としては、例えば、処理液中で回転させる液流法、浸漬させた後にパディング（絞り）する方法がある。使用効率の点で、浴比（処理液の使用割合）を下げるのが有効であり、この点で浸漬させた後にパディングする方法が有効である。

【0037】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を処理液に浸漬させる際の温度条件は、常温でよく、例えば5℃～50℃の範囲内とすることができる。

【0038】親水性分子のグラフト化

セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品に親水性分子をグラフトさせることにより、親水化処理することができる。親水性分子として、例えば、メタクリルアミドのビニル系共重合体をグラフトさせることにより、親水化処理することができる。

【0039】例えば、重合して親水性分子を形成する単量体（例えば、メタクリル酸、メタクリルアミド等）を、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品と接触させた状態で、重合反応させることによって、単量体の重合体（親水性分子）がグラフトしたセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品とすることができる。

【0040】具体的には、例えば、重合して親水性分子を形成する単量体（例えば、メタクリル酸、メタクリルアミド等）及び重合開始剤（例えば、ペルオキシ2硫酸アンモニウム等）を含有する液中に、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品を浸漬して絞った後、加熱することにより、親水性分子がグラフトしたセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品とすることができる。

【0041】グラフトさせる親水性分子の量については、親水性分子の種類、セルロース系繊維等に要求される特性（吸湿率）等を考慮して適宜選択することができる。例えばグラフト率が1%以上、好ましくは2%以上

となり、通常は30%以下、更には25%以下、特には20%以下となる量とすることができる。

【0042】グラフト率は、グラフトさせる前のセルロース系繊維等の絶乾重量（処理前絶乾重量）とグラフトさせた後の絶乾重量（処理後絶乾重量）から、以下の計算式に従って算出することができる。絶乾重量は、セルロース系繊維等（例えば、10cm×20cm程度の大きさの生地小片）を、秤量ビンに入れ105℃で2時間乾燥後、秤量し、あらかじめ秤量しておいた秤量ビンの重量を差し引くことにより、算出することができる。

【0043】グラフト率（%）＝（〔処理後絶乾重量〕÷〔処理前絶乾重量〕－1）×100

【0044】セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品

本発明のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品（例えば、肌着用セルロース系繊維若しくは肌着用セルロース系繊維製品又はセルロース系繊維製肌着）は、親水基（例えば、COOH基、NH₂基及びSO₃基並びにこれらから選択される1種又は2種以上を有する基からなる群から選択される1種又は2種以上）を有し、吸湿率が7.1%以上、好ましくは7.5%以上であり、20%以下、好ましくは15%以下である。

【0045】好ましい実施の形態では、カルボキシメチル基を有し、吸湿率が7.1%以上、好ましくは7.5%以上であり、20%以下、好ましくは15%以下である。他の実施の形態では、カルボキシメチル基を有し、CM化度が0.1モル%以上、好ましくは1モル%以上であり、10モル%以下、好ましくは5モル%以下である。

【0046】カルボキシメチル基を有するセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品は、セルロース系繊維又はセルロース系繊維製品にモノクロル酢酸又はモノクロル酢酸のアルカリ金属塩を含有する処理液を接触させた状態で熱処理することにより製造することができる。

【0047】他の好ましい実施の形態では、親水性分子がグラフトし、吸湿率が7.1%以上、好ましくは7.5%以上であり、20%以下、好ましくは15%以下である。更に他の実施の形態では、親水性分子がグラフトし、グラフト率が1%以上、好ましくは2%以上であり、30%以下、好ましくは25%以下、更に好ましくは20%以下である。

【0048】親水性分子としては、メタクリル酸若しくはメタクリルアミドの重合体若しくは共重合体又はメタクリル酸若しくはメタクリルアミドの少なくとも1種と他の単量体との共重合体がある。

【0049】本発明は、白度が、100以上、特に120以上（通常は150以下、更には140以下）のセルロース系繊維又はセルロース系繊維製品において特に有効である。白度は、CIELAB表色系のL*値及びb*値から、以下の計算式によって算出される値である。L*値及びb*値は、例えば、測色器（Macbeth WHITE-EYE3000）により測色する

ことにより求めることができる。

【0050】白度＝L*値－3×b*値

【0051】

【実施例】〔親水化処理及び黄変抑制の確認試験〕

実施例1～3〔CM化：液流法〕及び比較例1

元生地として通常の綿布（元生地1）を使用し、モノクロル酢酸ナトリウム（175g/l）及び水酸化ナトリウム（175～60g/l）の水溶液〔処理液〕中に浸漬し（浴比1：20）、60℃に加熱して1時間処理を行った後、水洗して未反応物を除去した。

【0052】得られた親水化処理綿布それぞれについて、オレイン酸40.6%、トリオレイン22.4%、コレステロールオレート17.5%、流動パラフィン3.6%、コレステロール2.3%及びゼラチン10.0%を主成分とする人工汗の30g/l液中に浸漬させた後、絞り率130%で絞り、105℃、30分で乾燥させ、通常の実用洗濯をした後、天日乾燥を行った。

【0053】以上の人工汗への浸漬、絞り、乾燥、洗濯、天日乾燥の操作を繰り返し5回行い、それぞれの親水化処理綿布の白度の変化を調べた（黄変抑制の確認試験：人工着用テスト）。

【0054】処理液の水酸化ナトリウム（NaOH）の濃度並びに得られた親水化処理綿布のカルボキシメチル（CM）化度、吸湿率及び白度（人工着用テストの結果）を表1に示す。比較例1として、元生地1（未処理）についての結果を示す。

【0055】実施例4～6〔CM化：パッドスチーム法（PS法）〕及び比較例2

元生地として通常の綿布（元生地2）を使用し、モノクロル酢酸ナトリウム（175g/l）及び水酸化ナトリウム（175～60g/l）の水溶液〔処理液〕中に浸漬（常温）し、パッダーで絞った後、スチーム（100℃）で10分間熱処理して反応させた後、水洗して未反応物を除去した。

【0056】処理液の水酸化ナトリウム（NaOH）の濃度並びに得られた親水化処理綿布のCM化度、吸湿率及び白度（人工着用テストの結果）を表1に示す。比較例2として、元生地2（未処理）についての結果を示す。

【0057】実施例7〔CM化：パッドバッチ法（PB法）〕

元生地として通常の綿布（元生地2）を使用し、モノクロル酢酸ナトリウム（175g/l）及び水酸化ナトリウム（75g/l）の水溶液〔処理液〕中に浸漬（常温）し、パッダーで絞った後、常温（20℃）で24時間放置して反応させた後、水洗して未反応物を除去した。得られた親水化処理綿布のCM化度、吸湿率及び白度（人工着用テストの結果）を表1に示す。

【0058】

【表1】

	CM化 方法	NaOH濃度 g/l	CM化度 モル%	吸湿率：％ (対未処理比)	白度（低下白度）	
					試験前	5回後
比較例1	元生地1（未処理）			7.0（100）	135.4	113.8(21.6)
実施例1	液流法	175	5.7	14.9（214）	135.3	133.5(1.8)
実施例2	液流法	100	4.2	11.4（162）	136.0	132.2 (3.8)
実施例3	液流法	60	2.9	7.7（110）	132.4	122.0(10.4)
比較例2	元生地2（未処理）			7.0（100）	134.7	112.4(22.3)
実施例4	PS法	175	4.4	13.9（199）	131.5	131.0(0.5)
実施例5	PS法	100	3.5	10.6（151）	132.0	127.8(4.2)
実施例6	PS法	60	2.4	7.8（111）	132.4	120.5(11.9)
実施例7	PB法	75	2.7	9.4（130）	134.9	124.2(10.7)

【0059】このように、実施例1～7及び比較例1、2から明らかなように、未処理の元生地に比べ、本発明の親水化処理綿布の白度低下は少ないことがわかる。更に、加工度が高い程、その効果が大きい。

【0060】実施例8〔グラフト加工：メタクリル酸〕及び比較例3

元生地として白度が134.1の精練漂白後の綿100%フライス編生地（元生地3）を使用し、メタクリル酸モノマー（150g/l）及びベルオキシ2硫酸アンモニウム〔開始剤〕（7.5g/l）の水溶液（処理液）中に常温（20℃）で1分間浸漬させ、p.u.120%で絞った後、100℃で10分間スチーミングし、水洗して未反応物を除去した。得られた親水化処理綿布のグラフト率、吸湿率及び白度（人工着用テストの結果）を表2に示す。比較例3として、元生地3（未処理）についての結果を示す。*

	モノマー（濃度：g/l）	グラフト率	吸湿率：％ (対未処理比)	白度（変化）	
				試験前	5回後
実施例8	メタクリル酸(150)	2.1%	7.8（111）	131.9	121.1(10.8)
実施例9	メタクリルアミド(150)	12.3%	8.0（114）	133.7	121.9(11.8)
実施例10	メタクリルアミド(200)	19.0%	9.8（140）	132.8	126.4(6.4)
比較例3	元生地3（未処理）		7.0（100）	134.1	113.7(20.4)

【0064】〔耐久性〕実施例1～10の親水化処理綿布をそれぞれ100回洗濯し、50回洗濯後及び100回洗濯後にCM化度又はグラフト率（加工度）を測定したが、いずれも加工度に変化はなかった。

【0065】〔耐白性試験：着用テスト〕

実施例11〔カルボキシメチル化〕

実施例3の親水化処理綿布を左半分に、比較例4の未処理綿布（元生地4）を右半分に使用して、成人男性用の半袖シャツ（肌着）を縫製し、実着用により、耐白性を試験した。

【0066】すなわち、成人男性10人をモニターとして、それぞれ30回着用させ、1回着用毎に1回洗濯・乾燥し、10回目及び30回目に左半分（親水化処理綿布）及び右半分（未処理綿布）について白度を測定した。

【0067】処理部分と未処理部分との10回目の白度の差は平均で5ポイント、30回目の白度の差は12ポイント

*【0061】実施例9〔グラフト加工：メタクリルアミド〕

処理液として、メタクリルアミドモノマー（150g/l）及びベルオキシ2硫酸アンモニウム〔開始剤〕（7.5g/l）の水溶液を使用した他は、実施例8と同様にした。結果を表2に示す。

【0062】実施例10〔グラフト加工：メタクリルアミド〕

処理液として、メタクリルアミドモノマー（200g/l）及びベルオキシ2硫酸アンモニウム〔開始剤〕（10g/l）の水溶液を使用した他は、実施例8と同様にした。結果を表2に示す。

【0063】

【表2】

であり、30回目の処理部分の白度の低下率は平均で未処理部分の白度の低下率の53%であった。

【0068】

【表3】

	白度（低下白度）		
着用回数	0回	10回	30回
実施例3	132.4	128.4(4.0)	118.6(13.8)
比較例4	132.8	123.8(9.0)	106.7(26.1)

【0069】実施例12〔グラフト加工〕

親水化処理綿布として、実施例9又は10と同様にしてメタクリルアミドでグラフト加工した親水化処理綿布（グラフト率14%、吸湿率9.1%）を使用した他は、実施例11と同様にして、耐白性を試験した。結果を表4に示す。比較例5として未処理綿布（元生地5）についての結果を示す。

【0070】

【表4】

着用回数	白度（低下白度）		
	0回	10回	30回
実施例9（グラフト加工部分）	132.0	125.6（6.4）	110.5（21.5）
比較例3（未処理部分）	133.8	120.5（13.3）	100.4（33.4）

【0071】〔皮膚障害テスト〕耐白性を試験する際に、各モニターの皮膚障害を観察することにより、皮膚障害テストを行ったところ、左半分と右半分とで実質的な差はなく、親水化処理綿布について皮膚障害の問題がないことが確認された。

【0072】〔流通黄変テスト〕実施例1（CM化）及び実施例9（メタクリルアミドグラフト）の親水化処理綿布並びに未処理綿布（比較例3）について、JIS0855「窒素酸化物に対する染色堅牢度試験方法」に準拠して、流通黄変テストを行った。

【0073】黄変の度合は、測色器（Macbeth WHITE-EYE3000）により測色することにより判定し、CIELAB表色系の b^ 値の試験前と試験後とでの変化（ Δb^* 値）で評価した。 Δb^* 値が大きいほど黄変が大きいことを示す。

【0074】

Δb^* 値＝〔試験前の b^* 値〕－〔試験後の b^* 値〕

【0075】 Δb^* 値は、比較例3（未処理綿布）では0.9、実施例1（CM化）では0.7、実施例8（メタクリルアミドグラフト）では0.9であった。

フロントページの続き

(72)発明者 助田 英雄
京都府綾部市井倉新町石風呂1番地 グンゼ株式会社研究開発部内
(72)発明者 秋枝 伸午
京都府宮津市惣262番地 グンゼ株式会社
アパレル事業本部内

(72)発明者 田畑 忍
京都府宮津市惣262番地 グンゼ株式会社
アパレル事業本部内
Fターム(参考) 3B029 HA01 HB00 HB03
4L033 AA02 AB01 AC07 BA17 BA20
BA76 CA23